



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108140442 B

(45)授权公告日 2020.08.07

(21)申请号 201680058463.0

(72)发明人 徐世起

(22)申请日 2016.08.09

(74)专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司 31100

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 108140442 A

代理人 江磊 朱黎明

(43)申请公布日 2018.06.08

(51)Int.Cl.

(30)优先权数据

H01B 1/16(2006.01)

62/204,581 2015.08.13 US

H05K 1/09(2006.01)

14/862,254 2015.09.23 US

C08G 73/10(2006.01)

H01B 1/22(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2018.04.04

(56)对比文件

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2016/046116 2016.08.09

CN 1835129 A, 2006.09.20

CN 1065280 A, 1992.10.14

(87)PCT国际申请的公布数据
W02017/027493 EN 2017.02.16

CN 1373480 A, 2002.10.09

CN 103534049 A, 2014.01.22

US 2014367619 A1, 2014.12.18

(73)专利权人 E.I.内穆尔杜邦公司
地址 美国特拉华州

审查员 赵迪

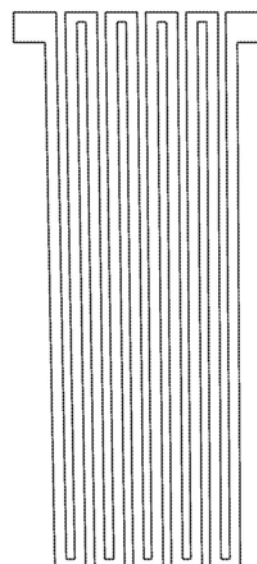
权利要求书1页 说明书10页 附图1页

(54)发明名称

聚合物厚膜铜导体组合物的光子烧结

(57)摘要

本发明提供了一种用于形成电导体的聚合物厚膜铜导体组合物以及一种用于使用该聚合物厚膜铜导体组合物来形成电路中的电导体的方法。该方法使该沉积的厚膜铜导体组合物经受光子烧结。本发明进一步提供了含有由该聚合物厚膜铜导体组合物制成的电导体的电气装置以及还有通过该方法形成的电导体。



1. 一种聚合物厚膜铜导体组合物, 包含:
 - (a) 60wt%至95wt%的具有铜粉的颗粒, 这些颗粒具有0.2至10 μ m的平均粒度以及在0.2至3.0m²/g的范围内的表面积/质量比, 这些颗粒分散在:
 - (b) 4wt%至35wt%的有机介质中, 该有机介质包含
 - (1) 2wt%至7wt%的树脂, 按重量计该树脂的至少一半是聚酰亚胺树脂, 该树脂溶解在:
 - (2) 有机溶剂中;
 - (c) 0.25wt%至2wt%的包含不具有碱特性的醇的还原剂; 以及
 - (d) 0.0wt%至2wt%的粘度稳定剂, 该粘度稳定剂包含含有羧酸的化合物;其中wt%是基于该聚合物厚膜铜导体组合物的总重量。
2. 如权利要求1所述的聚合物厚膜铜导体组合物, 其中所述还原剂选自由丙三醇、乙二醇、二乙二醇以及其混合物组成的组。
3. 如权利要求2所述的聚合物厚膜铜导体组合物, 其中所述还原剂是丙三醇。
4. 如权利要求1所述的聚合物厚膜铜导体组合物, 其中所述粘度稳定剂选自由油酸、硬脂酸以及其混合物组成的组。
5. 如权利要求4所述的聚合物厚膜铜导体组合物, 其中所述粘度稳定剂是油酸。
6. 一种用于形成电路中的电导体的方法, 该方法包括:
 - a) 提供基底;
 - b) 提供聚合物厚膜铜导体组合物, 该组合物包含:
 - (i) 60wt%至95wt%的具有铜粉的颗粒, 这些颗粒具有0.2至10 μ m的平均粒度以及在0.2至3.0m²/g的范围内的表面积/质量比, 这些颗粒分散在:
 - (ii) 4wt%至35wt%的有机介质中, 该有机介质包含
 - (1) 2wt%至7wt%的树脂, 按重量计该树脂的至少一半是聚酰亚胺树脂, 该树脂溶解在:
 - (2) 有机溶剂中;
 - (iii) 0.25wt%至2wt%的包含不具有碱特性的醇的还原剂; 以及
 - (iv) 0.0wt%至2wt%的粘度稳定剂, 该粘度稳定剂包含含有羧酸的化合物;其中wt%是基于该聚合物厚膜铜导体组合物的总重量;
 - c) 将所述聚合物厚膜铜导体组合物施加到所述基底上; 并且
 - d) 使所述聚合物厚膜铜导体组合物经受光子烧结以形成所述电导体。
 7. 如权利要求6所述的方法, 所述方法进一步包括干燥所述聚合物厚膜导体组合物的步骤, 其中所述干燥步骤在步骤c) 之后但在步骤d) 之前进行。
 8. 如权利要求6所述的方法, 其中所述还原剂选自由丙三醇、乙二醇、二乙二醇以及其混合物组成的组, 并且所述粘度稳定剂选自由油酸、硬脂酸以及其混合物组成的组。
 9. 一种电气装置, 该电气装置包含由如权利要求1所述的聚合物厚膜铜导体组合物形成的电导体。
 10. 一种电气装置, 该电气装置包含通过如权利要求6所述的方法形成的电导体。

聚合物厚膜铜导体组合物的光子烧结

技术领域

[0001] 本发明是针对用于许多不同应用中的聚合物厚膜 (PTF) 铜导体组合物的光子固化。在一个实施例中, 该 PTF 铜导体组合物用作薄膜基底如聚酰亚胺上的丝网印刷的导体。该 PTF 铜导体用作栅电极。该组合物可以进一步用于任何其他要求导电性 (低电阻率) 的应用。

背景技术

[0002] 本发明是针对一种用于电子装置中的聚合物厚膜铜导体组合物。由于银的低电阻率 (<50 毫欧/平方) 和可靠性, PTF 银导体在电子电路中作为选择的导体是相当普遍的。银的价格是高的, 并且因此其在电路中使用变得昂贵。正在寻求银的替代物, 这些替代物具有很少的电气特性的折衷但是成本降低。本发明的目的是提供此种替代物。

发明内容

[0003] 本发明提供了一种聚合物厚膜铜导体组合物, 包含:

[0004] (a) 60wt% 至 95wt% 的具有铜粉的颗粒, 这些颗粒具有 0.2 至 10 μ m 的平均粒度以及在 0.2 至 3.0m²/g 的范围内的表面积/质量比, 这些颗粒分散在:

[0005] (b) 4wt% 至 35wt% 的有机介质中, 该有机介质包含

[0006] (1) 2wt% 至 7wt% 的树脂, 按重量计该树脂的至少一半是聚酰亚胺树脂, 该树脂溶解在:

[0007] (2) 有机溶剂中;

[0008] (c) 0.25wt% 至 2wt% 的包含不具有碱特性的醇的还原剂; 以及

[0009] (d) 0.0wt% 至 2wt% 的粘度稳定剂, 该粘度稳定剂包含含有羧酸的化合物; 其中 wt% 是基于该聚合物厚膜铜导体组合物的总重量。

[0010] 在一个实施例中, 该树脂全部是聚酰亚胺树脂。

[0011] 在一个实施例中, 该还原剂选自由丙三醇、乙二醇、二乙二醇以及其混合物组成的组。

[0012] 在一个实施例中, 该粘度稳定剂是有机酸, 如油酸、硬脂酸或其混合物。

[0013] 该聚合物厚膜铜导体组合物可以通过光子烧结来固化。

[0014] 本发明还提供了一种用于形成电路中的电导体的方法, 该方法包括:

[0015] a) 提供基底;

[0016] b) 提供本发明的聚合物厚膜铜导体组合物;

[0017] c) 将所述聚合物厚膜铜导体组合物施加到所述基底上; 并且

[0018] d) 使所述聚合物厚膜铜导体组合物经受光子烧结以形成所述电导体。

[0019] 在实施例中, 该方法进一步包括干燥该厚膜铜导体组合物的步骤, 其中这个步骤在步骤 (c) 之后但在步骤 (d) 之前进行。在除去所有溶剂所必需的时间和温度下加工该组合物。在干燥之后光子烧结降低了电阻率。

[0020] 本发明还提供了一种电气装置,该电气装置包含使用本发明的聚合物厚膜铜导体组合物形成的电导体或通过以上描述的方法的任何实施例形成的电导体。

附图说明

[0021] 图1说明了在对比实验和实例中使用的蛇形丝网印刷的糊料图案。

具体实施方式

[0022] 一般来讲,厚膜组合物包含赋予该组合物适当的电功能特性的功能相。该功能相包含分散于有机介质中的电功能粉末,该有机介质充当功能相的载体。总体上,在厚膜技术中,烧制该组合物以烧尽有机物并赋予电功能特性。然而,在聚合物厚膜的情况下,除了该溶剂之外的有机物在干燥后仍作为组合物的组成部分。如在此使用的“有机物”包含该厚膜组合物的聚合物、树脂或粘合剂组分。这些术语可以可互换地使用,并且它们都是指相同的事物。

[0023] 在一个实施例中,该聚合物厚膜导体铜组合物是包含分散在有机介质中的铜粉的聚合物厚膜铜导体组合物,该有机介质包含聚合物树脂和溶剂。以下讨论了在该聚合物厚膜导体铜组合物的这个实施例中使用的组分。

[0024] 如在此所用,重量百分比写为wt%。

[0025] 聚合物厚膜铜导体组合物

[0026] A. 铜导体粉末

[0027] 该聚合物厚膜铜导体组合物中的电功能粉末是铜导体粉末

[0028] 该铜粉的颗粒直径和形状是特别重要的并且必须是对施加方法适当的。在一个实施例中,颗粒是球形形状。在另一个实施例中,颗粒呈薄片形式。在还另一个实施例中,颗粒是不规则形状。铜颗粒的粒度分布就本发明的效果而言也是关键的。作为实际情况,粒度是在1至100 μm 的范围内。在实施例中,平均粒度是0.2至10 μm 。此外,铜颗粒的表面积/质量比是在0.2至3.0 m^2/g 的范围内。在一个实施例中,铜颗粒具有薄片形式。

[0029] 该聚合物厚膜铜导体组合物包含60wt%至95wt%的铜粉,其中wt%是基于该聚合物厚膜铜组合物的总重量。

[0030] 此外,已知的是,可将少量的一种或多种其他金属加入到铜导体组合物中以改变导体的特性。此类金属的一些实例包括:金、银、镍、铝、铂、钯、钼、钨、钽、锡、铟、镧、硼、钽、钴、钛、钇、铈、镓、硫、锌、硅、镁、钡、铈、锆、铅、铋、导电碳以及其组合,以及厚膜组合物领域中常见的其他金属。一种或多种附加的金属可占总组合物的最高达约1.0重量百分比。

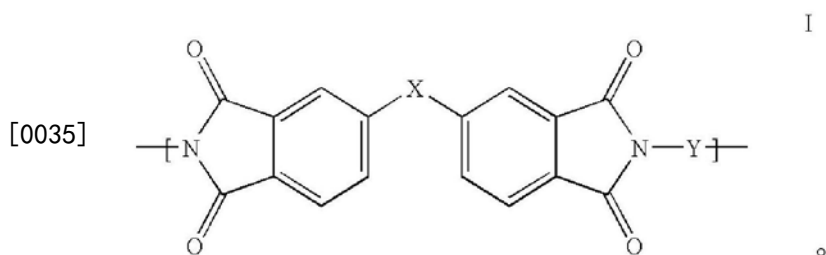
[0031] B. 有机介质

[0032] 典型地通过机械混合将该铜粉与有机介质(载体)混合以形成具有合适的用于印刷的稠度和流变学的糊料状组合物(被称为“糊料”)。该有机介质必须是固体以足够的稳定性程度在其中可分散的有机介质。该有机介质的流变特性必须使得它们为该组合物提供良好的施加特性。此类特性包括:具有足够的稳定性程度的固体的分散、良好的组合物施加、适当的粘度、触变性、基底和固体的适当的润湿性、良好的干燥速率、以及足以经受粗糙处理的干燥膜强度。

[0033] 该有机介质包含树脂在一种或多种有机溶剂中的溶液。在实施例中,按重量计该

树脂的至少一半是聚酰亚胺树脂。在一个实施例中,该树脂全部是聚酰亚胺树脂。

[0034] 在实施例中,该聚酰亚胺树脂由式I表示:



[0036] 其中X是C(CH₃)₂, O, S(O)₂, C(CF₃)₂, O-Ph-C(CH₃)₂-Ph-O, O-Ph-O-或C(CH₃)₂, O, S(O)₂, C(CF₃)₂, O-Ph-C(CH₃)₂-Ph-O, O-Ph-O-中的两种或更多种的混合物;

[0037] 其中Y是选自下组的二胺组分或二胺组分的混合物,该组由以下各项组成:间苯二胺(MPD)、3,4'-二氨基二苯醚(3,4'-ODA)、4,4'-二氨基-2,2'-双(三氟甲基)联苯(TFMB)、3,3'-二氨基二苯砜(3,3'-DDS)、4,4'-(六氟异亚丙基)双(2-氨基苯酚)(6F-AP)、双-(4-(4-氨基苯氧基)苯基)砜(BAPS)、9,9-双(4-氨基苯基)芴(FDA);2,3,5,6-四甲基-1,4-苯二胺(DAM)、2,2-双[4-(4-氨基苯氧基苯基)]丙烷(BAPP)、2,2-双[4-(4-氨基苯氧基苯基)]六氟丙烷(HFBAPP)、1,3-双(3-氨基苯氧基)苯(APB-133)、2,2-双(3-氨基苯基)六氟丙烷、2,2-双(4-氨基苯基)六氟丙烷(双-A-AF)、4,4'-双(4-氨基-2-三氟甲基苯氧基)联苯、4,4'-[1,3-亚苯基双(1-甲基-亚乙基)]、以及双苯胺(双苯胺-M),其前提是:

[0038] i. 如果X是O,那么Y不是间苯二胺(MPD)、双-(4-(4-氨基苯氧基)苯基)砜(BAPS)和3,4'-二氨基二苯醚(3,4'-ODA);BAPP、APB-133、或双苯胺-M;

[0039] ii. 如果X是S(O)₂,那么Y不是3,3'-二氨基二苯砜(3,3'-DDS);

[0040] iii. 如果X是C(CF₃)₂,那么Y不是间苯二胺(MPD)、双-(4-(4-氨基苯氧基)苯基)砜(BAPS)、9,9-双(4-氨基苯基)芴(FDA)、或3,3'-二氨基二苯砜(3,3'-DDS);并且

[0041] iv. 如果X是O-Ph-C(CH₃)₂-Ph-O或O-Ph-O-,那么Y不是间苯二胺(MPD)、FDA、3,4'-ODA、DAM、BAPP、APB-133、或双苯胺-M。

[0042] 在一个实施例中,该聚酰亚胺可以以干燥和粉末状的状态通过熟知的以下方法通过使以33/10/57(TFMB/6F-AP/6-FDA)的比率的单体2,2'-双(三氟甲基)-4,4'-二氨基联苯(TFMB)、2,2-双(3-氨基-4-羟基苯基)六氟丙烷(6F-AP)和六氟异亚丙基双邻苯二甲酸二酐(6-FDA)反应来制备:首先使聚酰胺酸在N,N-二甲基乙酰胺(DMAC)溶剂中,用封端添加剂控制所述聚酰胺酸的分子量,然后化学地酰亚胺化并使用纯甲醇添加物使聚酰亚胺聚合物沉淀到DMAC溶液中。将沉淀物用纯甲醇洗涤若干次、过滤并且然后在大约200°C下干燥以形成干燥且可处理的粉末并将DMAC残留物减少至低于0.1%重量。可以将所得粉末在室温下干燥并储存或溶解在溶剂中准备用于形成该糊料组合物。

[0043] 该聚合物厚膜铜导体组合物包含4wt%至35wt%的有机介质,其中wt%是基于该聚合物厚膜铜导体组合物的总重量。该有机介质包含2wt%至7wt%的树脂,按重量计该树脂的至少一半是聚酰亚胺树脂,其中wt%是基于该聚合物厚膜铜导体组合物的总重量

[0044] C. 还原剂

[0045] 铜粉总体上将具有由氧化铜、氧化亚铜、氢氧化铜或这些氧化物中的两种或更多种的混合物组成的外部氧化物层。该氧化物层是绝缘体并且因此可以抑制铜粉作为导体的

性能。因此,印刷的迹线的电阻率可能是不希望地高的。因此,该糊料组合物含有能够在光子烧结过程期间将氧化铜层还原成铜金属的有机化合物。适合用于此的有机化合物包括不具有碱特性的醇。

[0046] 该聚合物厚膜铜导体组合物包含0.25wt%至32wt%的包含不具有碱特性的醇的还原剂,其中wt%是基于该聚合物厚膜铜导体组合物的总重量。在一个实施例中,该还原剂选自丙三醇、乙二醇、二乙二醇以及其混合物组成的组。

[0047] D. 粘度稳定剂

[0048] 该聚合物厚膜铜导体组合物包含0.0wt%至2wt%的包含含有羧酸的化合物的粘度稳定剂。在一个实施例中,该粘度稳定剂是选自油酸、硬脂酸以及其混合物组成的组的有机酸。

[0049] 厚膜的施加

[0050] 将该聚合物厚膜糊料组合物沉积在电气装置中使用的那些的典型基底上。在典型的实施例中,该基底不可渗透气体和水分。该基底可以是柔性材料的片材。该柔性材料可以是不可渗透的材料,如聚酰亚胺膜,例如Kapton®。该材料还可以是聚酯,例如聚对苯二甲酸乙二醇酯,或由塑料片材与其上沉积的任选的金属层或介电层的组合构成的复合材料。该基底可以是氧化铝、铝或可以经受过程温度的任何材料。

[0051] 优选地通过丝网印刷进行该聚合物厚膜导电组合物的沉积,尽管可利用其他沉积技术,如模版印刷、注射式滴涂或涂覆技术。在丝网印刷的情况下,筛网尺寸控制沉积的厚膜的厚度。

[0052] 可以将沉积的厚膜导电组合物通过暴露于热(例如在130℃下持续数分钟)来干燥,即蒸发溶剂。

[0053] 光子烧结

[0054] 光子烧结使用光来提供高温烧结。典型地,闪光灯用于提供光源并且以高功率的短的接通时间以及范围是从几赫兹到数十赫兹的占空比来操作。光子烧结步骤是短暂的,典型地小于1分钟。光子烧结还可以被称为光子固化。光子烧结设备的商业制造商的实例包括NovaCentrix公司(奥斯丁,得克萨斯州)和Xenon公司(威明顿,马萨诸塞州)。

[0055] 该沉积的厚膜导体组合物的光子烧结提供了具有低电阻率的导体。

[0056] 在一个实施例中,在该光子烧结之前,将该沉积的厚膜导体组合物通过暴露于低温下的热(典型地在80℃下持续5-10min)来干燥。在另一个实施例中,该沉积的厚膜导体组合物在光子烧结之前不被干燥。

[0057] 将通过给出实际实例进一步详细讨论本发明。然而,本发明的范围不以任何方式受限于这些实际实例。

[0058] 实例和对比实验

[0059] 基底Kapton®(500HPP-ST)和未包覆的FR-4基底是分别是杜邦公司(DuPont)®和穆格部件公司(Moog Components)获得的并且在切成2.5" x 3.5"尺寸之后按原样使用。低损耗的Itera基底是通过Insulectro从Isola获得的。

[0060] 如以上描述的通过使以33/10/57的比率的TFMB、6F-AP和6-FDA反应来制备在实例中使用的聚酰亚胺树脂。

[0061] 具有Sn96.5%Ag3.0%Cu0.5%的组成的SAC合金用于焊料润湿测试。使用Alpha611或Kester 952焊剂。在焊料润湿测试中,将固化的样品典型地浸入到保持在225℃-250℃下的SAC合金罐中持续3-10秒。

[0062] 对比实验A

[0063] 使用具有4微米的平均粒度的铜薄片制备可丝网印刷的PTF Cu导体组合物。通过将具有大约135,000的数均分子量的来自St.Jean的聚酰亚胺树脂溶解在溶剂丁基卡必醇乙酸酯、二元酯 (DBE-3) 和己二酸二乙酯的混合物中来制备有机介质。该有机介质含有26wt%的树脂、31wt%的丁基卡必醇乙酸酯、11wt%的二元酯 (DBE-3) 和31wt%的己二酸二乙酯,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0064] PTF铜导体组合物的组分是:

75 wt% 铜粉

20 wt% 有机介质

2.2 wt% 三乙醇胺

[0065] 1.2% 丁基卡必醇乙酸酯

0.4 wt% 二元酯 (DBE-3)

1.2 wt% 己二酸二乙酯

[0066] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0067] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。然而,该糊料不久变成凝胶化的并且不适合用于丝网印刷工艺中。

[0068] 还使用二乙醇胺代替以上描述的组合物中的三乙醇胺来制备PTF铜导体糊料。该糊料不久也变成凝胶化的并且不是可丝网印刷的。

[0069] 对比实验B

[0070] 使用具有4微米的平均粒度的铜薄片制备可丝网印刷的PTF Cu导体组合物。通过将来自日本合成化学公司 (Nippon Gohsei, Japan) 的Nichigo TP 249聚酯树脂溶解在溶剂丁基卡必醇乙酸酯、二元酯 (DBE-3) 和己二酸二乙酯的混合物中来制备有机介质。该有机介质含有26wt%的树脂、31wt%的丁基卡必醇乙酸酯、11wt%的二元酯 (DBE-3) 和31wt%的己二酸二乙酯,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0071] PTF铜导体组合物的组分是:

[0072] 79.7wt% 铜粉

[0073] 19wt% 有机介质

[0074] 1.3wt% 丙三醇

[0075] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0076] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。该组合物用于在Kapton®膜上丝网印刷600平方蛇形图案。图1中示出了在Kapton®基底上印刷的蛇形图案。使用325目不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在80℃下干燥10min。样品没有产生可测量的

电阻。

[0077] 然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。采用由NovaCentrix(奥斯丁,得克萨斯州)制造的PulseForge 3200烧结单元。以任意模式操作该单元。工艺设置如下:脉冲电压:230V,由五个微脉冲:200、100、1500、1500和1500微秒构成的脉冲以产生等于 $3.3\text{J}/\text{cm}^2$ 的能量,重叠因子:2.2,网速:25FPM。在加工之后,所测量的线电阻是 $50\ \Omega$ 。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是 $11.4\ \mu\text{m}$ 。因此,电阻率被计算为 $38\text{m}\ \Omega/\square/\text{密耳}$ 。

[0078] 使用样品按以上描述的方式测试焊料润湿性和耐焊料浸出性。作为实例,具有 $35\ \Omega$ 的电阻的样品在被浸入SAC罐中持续3秒之后示出了网格线几乎完全消失

[0079] 对比实验C

[0080] 使用具有4微米的平均粒度的铜薄片制备可丝网印刷的PTF Cu导体组合物。通过将来自日本合成化学公司的Nichigo TP 249聚酯树脂溶解在溶剂丁基卡必醇乙酸酯、二元酯(DBE-3)和己二酸二乙酯的混合物中来制备有机介质。该有机介质含有40wt%的树脂、30wt%的丁基卡必醇乙酸酯和30wt%的己二酸二乙酯,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0081] PTF铜导体组合物的组分是:

[0082] 73.6wt% 铜粉

[0083] 24.6wt% 有机介质

[0084] 1.8wt% 丙三醇

[0085] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0086] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。该组合物用于在Kapton®膜上丝网印刷600平方蛇形图案。图1中示出了在Kapton®基底上印刷的蛇形图案。使用325目不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在 80°C 下干燥10min。样品没有产生可测量的电阻。

[0087] 然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。采用由NovaCentrix(奥斯丁,得克萨斯州)制造的PulseForge 3200烧结单元。以任意模式操作该单元。工艺设置如下:脉冲电压:215V,由五个微脉冲:200、100、1500、1500和1500微秒构成的脉冲以产生等于 $2.8\text{J}/\text{cm}^2$ 的能量,重叠因子:2.2,网速:25FPM。在加工之后,所测量的线电阻是 $47\ \Omega$ 。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是 $10.4\ \mu\text{m}$ 。因此,电阻率被计算为 $19.6\text{m}\ \Omega/\square/\text{密耳}$ 。

[0088] 使用样品按以上描述的方式测试焊料润湿性和耐焊料浸出性。作为实例,具有 $38.4\ \Omega$ 的样品在被浸入SAC罐中持续3秒之后示出了网格线几乎完全消失。

[0089] 对比实验D

[0090] 使用具有 $4\ \mu\text{m}$ 的平均粒度的铜薄片(CI-4000F,Ames Goldsmith公司,南格伦斯瀑布,纽约(Ames Goldsmith Corp,South Glen Falls,NY))来制备PTF铜导体组合物。通过将具有大约20,000的数均分子量的苯氧基树脂(来自InChem公司的PKHH®树脂)溶解在溶剂Dowanol® DPM二丙二醇甲醚(陶氏化学公司(Dow Chemical Co.),米德兰,密歇根州)中来制备有机介质。该有机介质含有20wt%的树脂和80wt%的溶剂,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0091] PTF铜导体组合物的组分是:

	73.5 wt%	铜粉
	17.5 wt%	有机介质
[0092]	1.7 wt%	丙三醇
	7.3 wt%	Dowanol® DPM

[0093] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0094] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。该组合物用于在Kapton®膜上丝网印刷600平方蛇形图案。图1中示出了在Kapton®基底上印刷的蛇形图案。使用325目不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在80℃下干燥10min。样品没有产生可测量的电阻。

[0095] 然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。采用由NovaCentrix(奥斯丁,得克萨斯州)制造的PulseForge 3200烧结单元。以任意模式操作该单元。工艺设置如下:脉冲电压:230V,由五个微脉冲:200、100、1500、1500和1500微秒构成的脉冲以产生等于3.3J/cm²的能量,重叠因子:2.2,网速:25FPM。在加工之后,所测量的线电阻是68Ω。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是9.4μm。因此,电阻率被计算为42.6mΩ/□/密耳。

[0096] 使用这些样品按以上描述的方式测试焊料润湿性。样品示出了差的耐焊料浸出性。对于实例,浸入SAC合金罐中持续3秒的样品示出了约25%的分层(线断裂)。

[0097] 实例1

[0098] 使用具有4微米的平均粒度的铜薄片制备可丝网印刷的PTF Cu导体组合物。通过将具有大约135,000的数均分子量的来自St. Jean的聚酰亚胺树脂溶解在溶剂丁基卡必醇乙酸酯、二元酯(DBE-3)和己二酸二乙酯的混合物中来制备有机介质。该有机介质含有26wt%的树脂、31wt%的丁基卡必醇乙酸酯、11wt%的二元酯(DBE-3)和31wt%的己二酸二乙酯,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0099] PTF铜导体组合物的组分是:

	73.5 wt%	铜粉
[0100]	17.3 wt%	有机介质
	1.7 wt%	丙三醇
	3%	丁基卡必醇乙酸酯
[0101]	1.5 wt%	二元酯 (DBE-3)
	3 wt%	己二酸二乙酯

[0102] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0103] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。该组合物用于在Kapton®膜上丝网印刷600平方蛇形图案。图1中示出了在Kapton®基底上印刷的蛇形图案。使用325目不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在80℃下干燥10min。样品没有产生可测量的电

阻。

[0104] 然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。采用由NovaCentrix(奥斯丁,得克萨斯州)制造的PulseForge 3200烧结单元。以任意模式操作该单元。工艺设置如下:脉冲电压:230V,由五个微脉冲:200、100、1500、1500和1500微秒构成的脉冲以产生等于 $3.3\text{J}/\text{cm}^2$ 的能量,重叠因子:2.2,网速:25FPM。在加工之后,所测量的线电阻是 $32.6\ \Omega$ 。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是 $9.8\ \mu\text{m}$ 。因此,电阻率被计算为 $21.2\text{m}\ \Omega/\square/\text{密耳}$ 。

[0105] 使用样品按以上描述的方式测试焊料润湿性和耐焊料浸出性。作为实例,浸入焊料罐中持续10秒的具有 $33\ \Omega$ 的电阻的样品没有示出焊料润湿并且在浸入SAC罐中持续10秒之后示出 $30.2\ \Omega$ 的电阻。相比之下,从浸入焊料罐中持续3秒的样品观察到约40%的焊料润湿,然而,浸入持续5秒的样品没有示出焊料润湿。从任何样品中没有检测到缺陷如空隙或线分层。

[0106] 该组合物还用于在0.028英寸厚的FR-4和0.030英寸厚的Itera基底上丝网印刷600平方蛇形图案。使用325目不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在 80°C 下干燥10min。样品没有产生可测量的电阻。

[0107] 使用用于固化在Kapton®基底上制备的样品的相同的曲线,然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。在加工之后,所测量的线电阻是在FR-4上 $41.5\ \Omega$ 以及在Itera上 $59.6\ \Omega$ 。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是在FR-4上 $11.2\ \mu\text{m}$ 以及在Itera上 $11.4\ \mu\text{m}$,其分别得到了31和 $45\text{m}\ \Omega/\square/\text{密耳}$ 的计算的电阻率。

[0108] 实例2

[0109] 使用具有4微米的平均粒度的铜薄片制备可丝网印刷的PTF Cu导体组合物。通过将具有大约135,000的数均分子量的来自St. Jean的聚酰亚胺树脂溶解在溶剂丁基卡必醇乙酸酯、二元酯(DBE-3)和己二酸二乙酯的混合物中来制备有机介质。该有机介质含有26wt%的树脂、31wt%的丁基卡必醇乙酸酯、11wt%的二元酯(DBE-3)和31wt%的己二酸二乙酯,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0110] PTF铜导体组合物的组分是:

73.5 wt%	铜粉
17.3 wt%	有机介质
0.7 wt%	丙三醇
1 wt%	二乙二醇
3%	丁基卡必醇乙酸酯
1.5 wt%	二元酯 (DBE-3)
3 wt%	己二酸二乙酯

[0112] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0113] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。该组合物用于在Kapton®膜上丝网印刷600平方蛇形图案。图1中示出了在Kapton®基底上印刷的蛇形图案。使用325目

不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在80℃下干燥10min。样品没有产生可测量的电阻。

[0114] 然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。采用由NovaCentrix(奥斯丁,得克萨斯州)制造的PulseForge 3200烧结单元。以任意模式操作该单元。工艺设置如下:脉冲电压:230V,由五个微脉冲:200、100、1500、1500和1500微秒构成的脉冲以产生等于 $3.3\text{J}/\text{cm}^2$ 的能量,重叠因子:2.2,网速:25FPM。在加工之后,所测量的线电阻是 $33.6\ \Omega$ 。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是 $9.6\ \mu\text{m}$ 。因此,电阻率被计算为 $21.5\text{m}\ \Omega/\square/\text{密耳}$ 。

[0115] 使用样品按以上描述的方式测试焊料润湿性和耐焊料浸出性。作为实例,具有 $29.2\ \Omega$ 的样品在浸入SAC罐中持续10秒之后没有示出焊料润湿并且示出 $22.5\ \Omega$ 的电阻。相比之下,从分别浸入焊料罐中持续3或5秒的样品观察到约50%和20%的焊料润湿。从浸入焊料的样品没有观察到缺陷如分层或空隙。

[0116] 实例3

[0117] 使用具有4微米的平均粒度的铜薄片制备可丝网印刷的PTF Cu导体组合物。通过将具有大约135,000的数均分子量的来自St. Jean的聚酰亚胺树脂(27wt%)溶解在溶剂丁基卡必醇乙酸酯(31wt%)、二元酯(DBE-3,11wt%)和己二酸二乙酯(31wt%)的混合物中来制备聚酰亚胺有机介质。通过将苯氧基树脂(来自InChem公司的PKHH®树脂,20wt%)溶解在Dowanol® DPM(80%)中来制备苯氧基有机介质,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0118] PTF铜导体组合物的组分是:

	73.5 wt %	铜粉
	13.8 wt%	聚酰亚胺有机介质
	3.5 wt%	苯氧基有机介质
	1.7 wt%	丙三醇
[0119]	2.4%	丁基卡必醇乙酸酯
	1.2 wt%	二元酯 (DBE-3)
	2.4 wt%	己二酸二乙酯
	1.5 wt%	Dowanol® DPM

[0120] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0121] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。该组合物用于在Kapton®膜上丝网印刷600平方蛇形图案。图1中示出了在Kapton®基底上印刷的蛇形图案。使用325目不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在80℃下干燥10min。样品没有产生可测量的电阻。

[0122] 然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。采用由NovaCentrix(奥斯丁,得克萨斯州)制造的PulseForge 3200烧结单元。以任意模式操作该单元。工艺设置如下:脉冲电压:

230V,由五个微脉冲:200、100、1500、1500和1500微秒构成的脉冲以产生等于 $3.3\text{J}/\text{cm}^2$ 的能量,重叠因子:2.2,网速:25FPM。在加工之后,所测量的线电阻是 $44\ \Omega$ 。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是 $10\ \mu\text{m}$ 。因此,电阻率被计算为 $26.3\text{m}\ \Omega/\square/\text{密耳}$ 。

[0123] 使用样品按以上描述的方式测试焊料润湿性和耐焊料浸出性。作为实例,具有 $46.9\ \Omega$ 的样品在浸入SAC罐中持续3秒之后示出了超过90%的焊料润湿、 $25.8\ \Omega$ 的电阻,没有形成缺陷,并且浸入持续5或10秒的样品示出了60%–80%的焊料润湿,但是具有较小的缺陷如分层或空隙。

[0124] 实例4

[0125] 使用具有4微米的平均粒度的铜薄片制备可丝网印刷的PTF Cu导体组合物。通过将具有大约135,000的数均分子量的来自St. Jean的聚酰亚胺树脂溶解在溶剂丁基卡必醇乙酸酯、二元酯 (DBE-3) 和己二酸二乙酯的混合物中来制备有机介质。该有机介质含有26wt%的树脂、31wt%的丁基卡必醇乙酸酯、11wt%的二元酯 (DBE-3) 和31wt%的己二酸二乙酯,其中wt%是基于该有机介质的总重量。然后将该铜粉分散在该有机介质中。

[0126] PTF铜导体组合物的组分是:

71.3 wt% 铜粉

[0127]

16.4 wt% 有机介质

0.5 wt% 丙三醇

5.7 wt% 丁基卡必醇乙酸酯

[0128]

5.6 wt% 二元酯 (DBE-3)

0.5 wt% 油酸

[0129] 其中wt%是基于该组合物的总重量。

[0130] 将组分组合并且在Thinky类型混合器中混合60秒。该组合物用于在Kapton®膜上丝网印刷600平方蛇形图案。图1中示出了在Kapton®基底上印刷的蛇形图案。使用325目不锈钢筛网,印刷若干种图案,并将铜糊料在 80°C 下干燥10min。样品没有产生可测量的电阻。

[0131] 然后使干燥的蛇形图案经受光子烧结。采用由NovaCentrix (奥斯丁,得克萨斯州)制造的PulseForge 3200烧结单元。以任意模式操作该单元。工艺设置如下:脉冲电压:230V,由五个微脉冲:200、100、1500、1500和1500微秒构成的脉冲以产生等于 $3.3\text{J}/\text{cm}^2$ 的能量,重叠因子:2.2,网速:25FPM。在加工之后,所测量的线电阻是 $39.8\ \Omega$ 。使用轮廓仪确定600平方图案上的平均导体厚度是 $8.3\ \mu\text{m}$ 。因此,电阻率被计算为 $22\text{m}\ \Omega/\square/\text{密耳}$ 。

[0132] 使用样品按以上描述的方式测试焊料润湿性和耐焊料浸出性。作为实例,具有 $40.2\ \Omega$ 的样品在浸入SAC罐中持续3秒之后示出了约40%的焊料润湿与 $26.6\ \Omega$ 的电阻,并且浸入持续10秒的具有 $38.8\ \Omega$ 的样品示出了约70%的焊料润湿以及 $24.5\ \Omega$ 的电阻。从浸入焊料的样品没有观察到缺陷如分层或空隙。

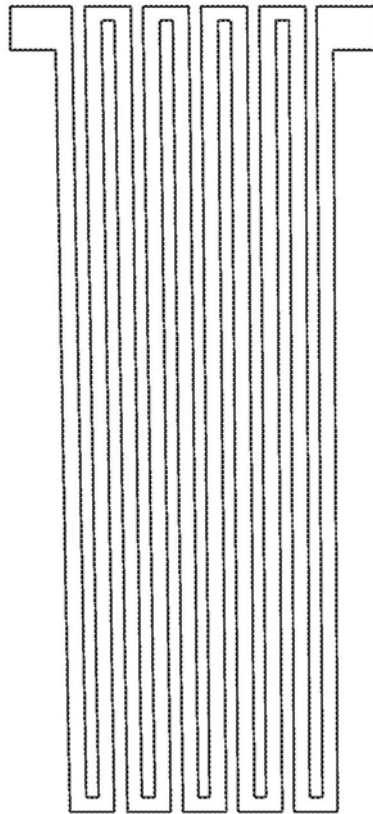


图1